



Handwritten: H.S. 10/10/01
PATENT
2185-0536P

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: MAEDA, Mituo Conf.: UNASSIGNED
Appl. No.: 09/842,902 Group: UNASSIGNED
Filed: April 27, 2001 Examiner: UNASSIGNED
For: PROCESS FOR PRODUCING THERMOPLASTIC
RESIN COMPOSITION

RECEIVED

JUN 28 2001

Technology Center 2600

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

June 7, 2001

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>
JAPAN	2000-130347

RECEIVED

April 28, 2000
NOV 06 2001

TC 1700

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By *[Signature]* #32,888
Raymond C. Stewart, #21,066

RCS/cng
2185-0536P

P.O. Box 747
Falls Church, VA 22040-0747
(703) 205-8000

Attachment



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

Serial No. 09/842,902
Docket No. 2185-0536P
Filed: April 27, 2001
Inventor: MAEDA, Mituo
BIRCH, STEWART, KLASCH
+ BIRCH, L. L. P.
703-205-8000

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 4月28日

RECEIVED

JUN 28 2001

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-130347

Technology Center 2600

出 願 人
Applicant(s):

住友化学工業株式会社

RECEIVED

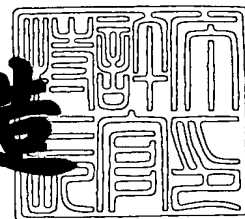
NOV 06 2001

TC 1700

2001年 5月11日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3039004

【書類名】 特許願

【整理番号】 P151006

【提出日】 平成12年 4月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08L 67/00

C08K 7/22

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市北原 6 住友化学工業株式会社内

【氏名】 前田 光男

【特許出願人】

【識別番号】 000002093

【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100093285

【弁理士】

【氏名又は名称】 久保山 隆

【電話番号】 06-6220-3404

【選任した代理人】

【識別番号】 100094477

【弁理士】

【氏名又は名称】 神野 直美

【電話番号】 06-6220-3404

【選任した代理人】

【識別番号】 100113000

【弁理士】

【氏名又は名称】 中山 亨

【電話番号】 06-6220-3404

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010238

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9903380

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 熱可塑性樹脂組成物の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

スクリュウを備えた溶融混練押出機であって、押し出し方向上流部に、上流側供給部を有し、該上流側供給部より下流側に下流側供給部を有し、該上流側供給部と下流側供給部との間の距離（L）のスクリュウ径（D）に対する比率（L/D）が4～30（LとDは同一のスケール単位である）である溶融混練押出機を用い、スクリュウ回転下、上流側供給部から比重1.10以上の熱可塑性樹脂を供給し、下流側供給部から該熱可塑性樹脂100重量部に対して2～50重量部の中空球体を供給することを特徴とする熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【請求項 2】

熱可塑性樹脂100重量部に対してさらに、1重量部～40重量部の無機繊維を、上流側供給部および/または下流側供給部から供給することを特徴とする請求項1記載の熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【請求項 3】

溶融混練押出機の下流側供給部より下流のスクリュウが、実質的に押し出し方向に対して正方向のネジスクリュウのみからなり、ニーディング部を持たないスクリュウであることを特徴とする請求項1または2記載の熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【請求項 4】

中空球体の平均粒径が5～500 μ mであり、中空球体の体積中空率が60～80%である請求項1～3のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【請求項 5】

熱可塑性樹脂が液晶ポリエステル樹脂である請求項1～4のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【請求項 6】

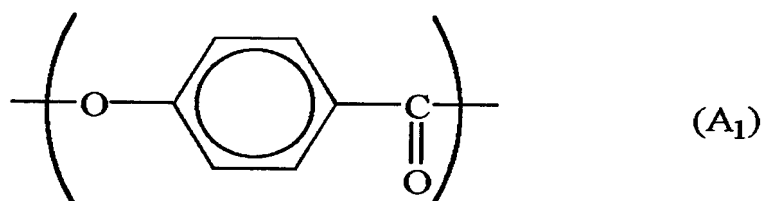
液晶ポリエステル樹脂の下記で定義される流動開始温度が250℃以上であることを特徴とする請求項5記載の熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

流動開始温度：内径 1 mm、長さ 1 0 mm のノズルを持つ毛細管レオメーターを用い、9. 8 1 MP a の荷重下において 4 ℃ / 分の昇温速度で加熱溶融体を押し出すときに溶融粘度が 4 8 0 0 P a ・ s を示す温度。

【請求項 7】

液晶ポリエステル樹脂が下記構造単位 (A₁)

【化 1】



を 3 0 モル % 以上有することを特徴とする請求項 5 または 6 記載の熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、熱可塑性樹脂組成物の製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

熱可塑性樹脂とりわけエンジニアリング樹脂と呼ばれる耐熱性の高い熱可塑性樹脂は、機械部品、家電部品、通信機器部品、OA 部品、自動車部品、レジャー用品等の各種製品、部品用の成形材料として幅広く使用されている。近年、これら製品、部品の小型化、軽量化、高性能化が一層要求されており、材料の熱可塑性樹脂についても、その物性を可能な限り維持して、より軽量なものが求められている。

熱可塑性樹脂の軽量化すなわち低比重化の手段としては、中空球体を配合する方法が知られており、特開昭 5 3 - 1 2 1 8 5 1 号公報、特開昭 5 8 - 9 3 7 5 9 号公報、特開昭 6 4 - 7 4 2 5 8 号公報等に中空球体を配合した熱可塑性樹脂組成物について記載されている。該組成物の製造は、通常、溶融加工押し出しに

よりペレット化することにより行なわれる。

しかしながら、通常の溶融加工押出し方法では、溶融混練による剪断力のため、かなりの割合の中空球体が破壊されることがあり、実質上、低比重の組成物を得ることが困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上記問題点を解決して、溶融加工押出し方法により、中空球体を含む低比重の熱可塑性樹脂組成物を製造する方法を提供することである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題を解決するため鋭意検討し、特定の溶融加工押出機を用い、熱可塑性樹脂と中空球体とを特定の比率で、該押出機に供給することにより、上記課題が解決されることを見出し本発明に到達した。

すなわち本発明は、スクリユウを備えた溶融混練押出機であって、押し出し方向上流部に、上流側供給部を有し、該上流側供給部より下流側に下流側供給部を有し、該上流側供給部と下流側供給部との間の距離（L）のスクリユウ径（D）に対する比率（ L/D ）が4～30（LとDは同一のスケール単位である）である溶融混練押出機を用い、スクリユウ回転下、上流側供給部から比重1.10以上の熱可塑性樹脂を供給し、下流側供給部から該熱可塑性樹脂100重量部に対して2～50重量部の中空球体を供給する熱可塑性樹脂組成物の製造方法にかかるものである。

【0005】

【発明の実施の形態】

本発明で用いる熱可塑性樹脂は、比重が1.10以上のものであり、好ましくは、比重1.30以上のものである。比重が1.10未満の場合には、中空球体を配合して低比重化することは可能であるが、通常、中空球体の配合量を多くする必要があり、このときは製造時のせん断による破壊が進み易いので好ましくない。

【0006】

熱可塑性樹脂としては、例えば、液晶ポリエステル樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリフェニレンサルファイド樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリサルフォン樹脂、ポリエーテルサルフォン樹脂、ポリエーテルイミド樹脂等が挙げられ、必要に応じてその2種以上を用いることもできる。中でも、熔融時の粘度が低く、中空球体にかかるせん断を本質的に小さくすることができることから、液晶ポリエステル樹脂が好ましく、流動開始温度が250℃以上の液晶ポリエステル樹脂がさらに好ましい。ここで、流動開始温度とは、内径1mm、長さ10mmのノズルを持つ毛細管レオメーターを用い、9.81MPaの荷重下において4℃/分の昇温速度で加熱溶融体を押し出すときに溶融粘度が4800Pa・sを示す温度をいう。

【0007】

本発明で使用される液晶ポリエステルは、サーモトロピック液晶ポリマーと呼ばれるポリエステルであり、例えば、

- (1) 芳香族ジカルボン酸と芳香族ジオールと芳香族ヒドロキシカルボン酸との組み合わせからなるもの、
- (2) 異種の芳香族ヒドロキシカルボン酸からなるもの、
- (3) 芳香族ジカルボン酸と芳香族ジオールとの組み合わせからなるもの、
- (4) ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステルに芳香族ヒドロキシカルボン酸を反応させたもの、

等が挙げられ、400℃以下の温度で異方性溶融体を形成するものである。なお、合成原料としては、これらの芳香族ジカルボン酸、芳香族ジオールおよび芳香族ヒドロキシカルボン酸の代わりにそれらのエステル形成性誘導体を使用されることもある。

【0008】

カルボン酸のエステル形成性誘導体としては、例えば、カルボキシル基が酸塩化物、酸無水物などの反応活性が高くポリエステルを生成する反応を促進するような誘導体となっているもの、カルボキシル基がアルコール類やエチレングリコールなどとのエステルであって、エステル交換反応によりポリエステルを生成す

るような誘導体となっているものが挙げられる。

また、水酸基のエステル形成性誘導体としては、例えば、水酸基がカルボン酸類とのエステルであって、エステル交換反応によりポリエステルを生成するような誘導体となっているものを例示することができる。

【0009】

また、芳香族ジカルボン酸、芳香族ジオールおよび芳香族ヒドロキシカルボン酸は、エステル形成性を阻害しないかぎりにおいて、ハロゲン原子、メチル基、エチル基、アリル基などで置換されていてもよい。

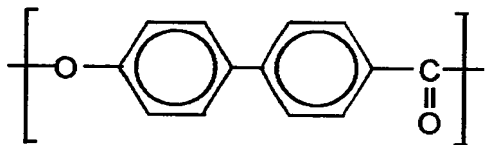
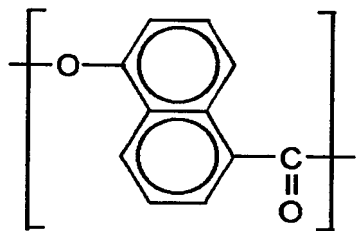
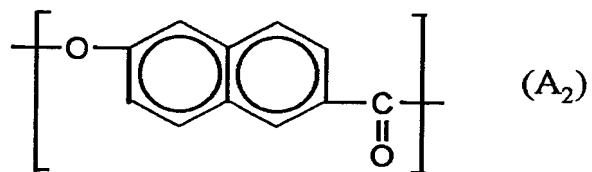
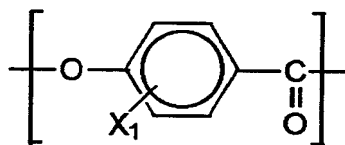
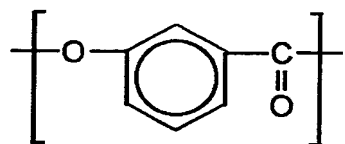
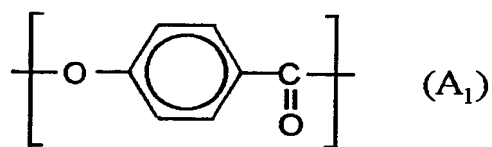
【0010】

該液晶ポリエステルの繰り返し構造単位としては、下記のを例示することができるが、これらに限定されるものではない。

【0011】

芳香族ヒドロキシカルボン酸に由来する繰り返し構造単位：

【化2】

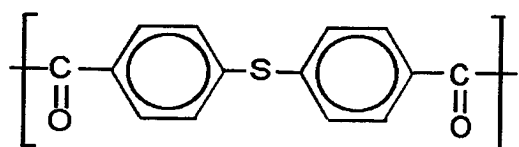
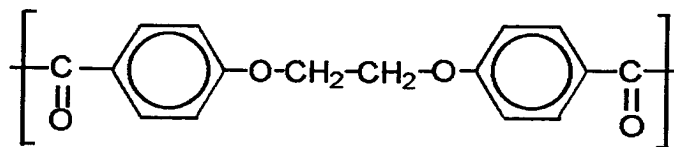
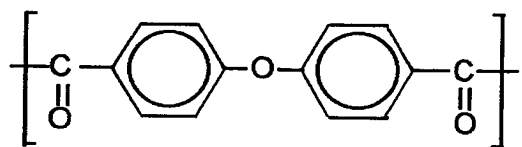
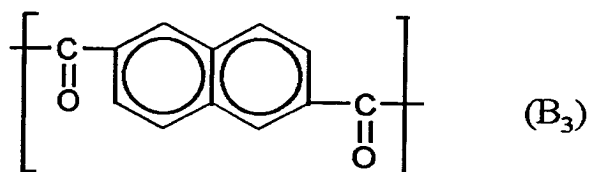
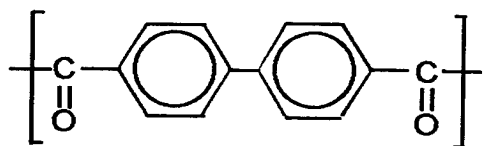
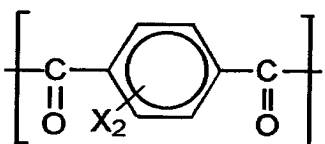
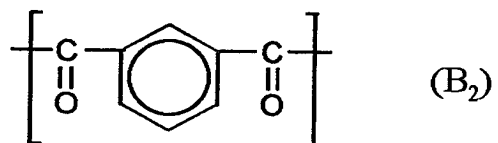
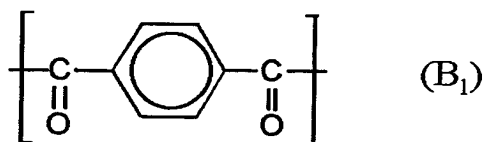


(式中、 X_1 はハロゲン原子またはアルキル基を示す。)

【0012】

芳香族ジカルボン酸に由来する繰り返し構造単位：

【化3】

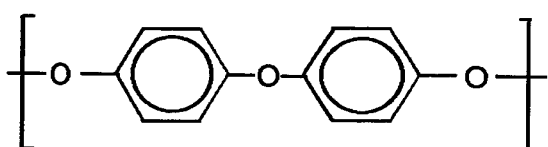
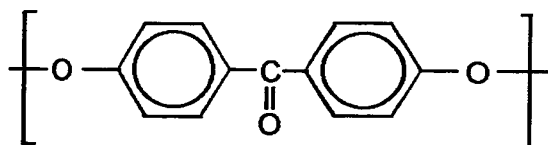
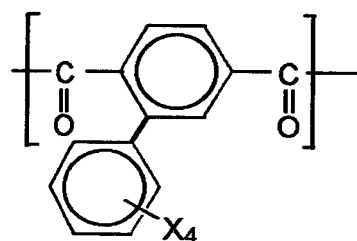
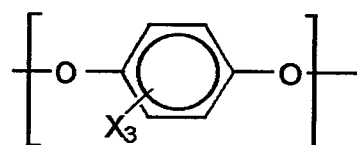
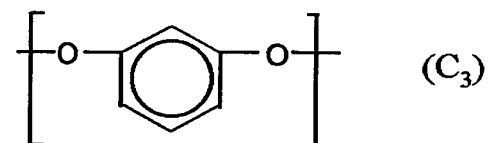
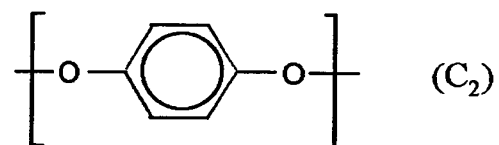
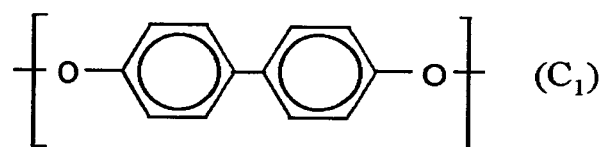


(式中、 X_2 はハロゲン原子、アルキル基またはアリール基を示す。)

【0013】

芳香族ジオールに由来する繰返し構造単位：

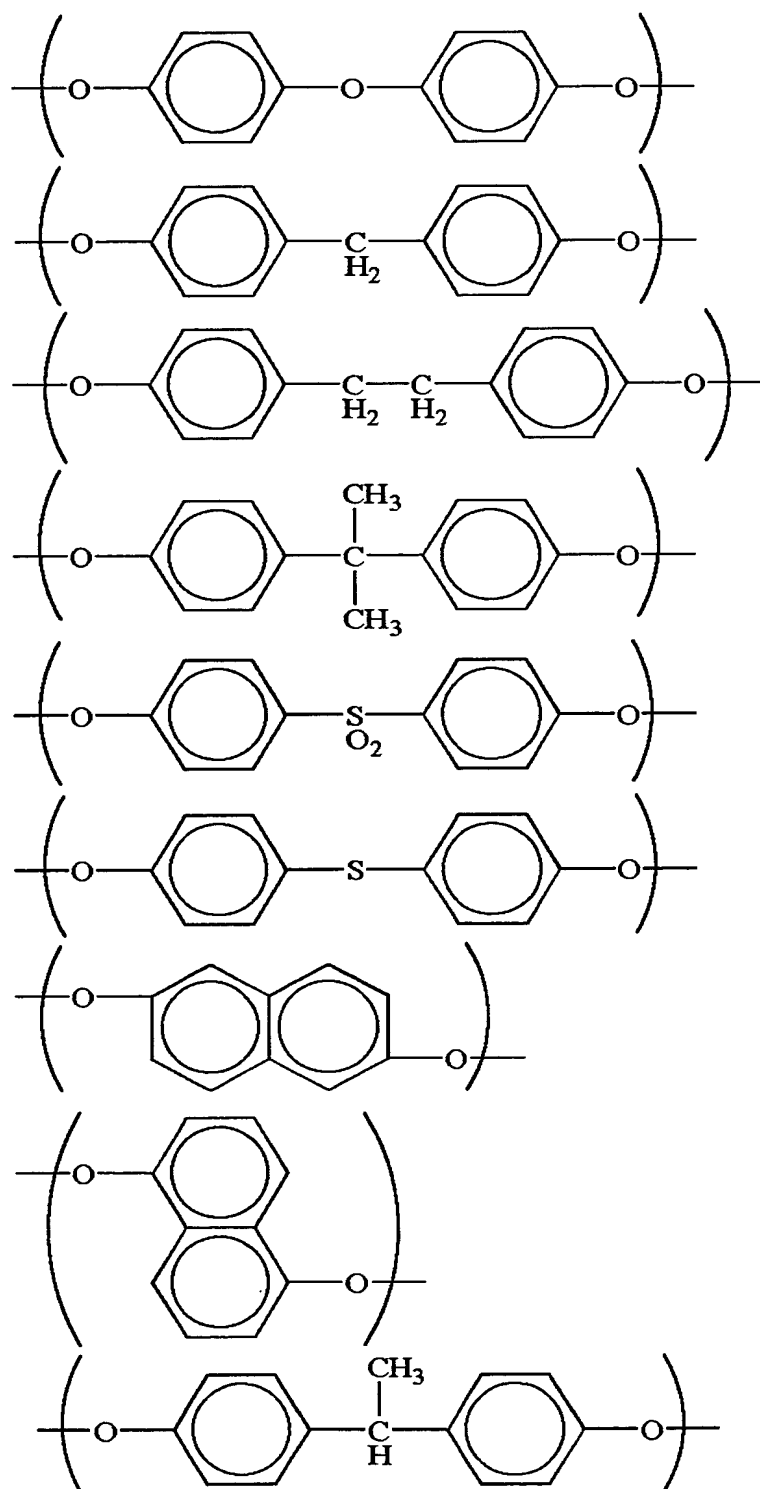
【化4】



(式中、 X_3 は、ハロゲン原子、アルキル基またはアリール基を示し、 X_4 は、水素原子、ハロゲン原子またはアルキル基を示す)

【0014】

【化5】



【 0 0 1 5 】

耐熱性、機械的特性、加工性のバランスから特に好ましい液晶ポリエステルは、前記 A_1 式で表される繰り返し構造単位を少なくとも 3 0 モル % 含むものである。

具体的には繰り返し構造単位の組み合わせが下式 (a) ~ (f) のものが好ましい。

(a) : (A_1)、(B_1) または (B_1) と (B_2) の混合物、(C_1)

(b) : (A_1)、(A_2)

(c) : (a) の構造単位の組み合わせのものにおいて、(A_1) の一部を (A_2) で置き換えたもの

(d) : (a) の構造単位の組み合わせのものにおいて、(B_1) の一部を (B_3) で置き換えたもの

(e) : (a) の構造単位の組み合わせのものにおいて、(C_1) の一部を (C_3) で置き換えたもの

(f) : (b) の構造単位の組み合わせのものに (B_1) と (C_2) の構造単位を加えたもの

【 0 0 1 6 】

液晶ポリエステル樹脂の調製方法としては、公知の方法を採用することができる。基本的な構造となる (a)、(b) の液晶ポリエステルについては、それぞれ、例えば、特公昭 4 7 - 4 7 8 7 0 号公報、特公昭 6 3 - 3 8 8 8 号公報に記載の方法等が挙げられる。

【 0 0 1 7 】

本発明で用いる中空球体は、一般にバルーンと呼ばれているものであり、中空球体の材料としては、例えば、アルミナ、シリカ、ガラス等の無機材料；尿素樹脂、フェノール樹脂、等の有機材料；が挙げられ、必要に応じてその 2 種以上の混合材料であってもよい。中でも、耐熱性や強度の観点からガラスが好ましい、すなわち、中空球体としては、ガラスバルーンが好適に用いられる。

【 0 0 1 8 】

中空球体の配合量は、液晶ポリエステル樹脂 1 0 0 重量部に対して、比重低減の観点から、2 重量部以上、好ましくは 5 重量部以上、さらに好ましくは 1 0 重量部以上であり、また、中空球体の破壊抑制の観点から 5 0 重量部以下、好ましくは 3 0 重量部以下である。

【 0 0 1 9 】

中空球体の平均粒径は、成形性の観点から、 $5 \mu\text{m}$ 以上であることが好ましく、より好ましくは $1 0 \mu\text{m}$ 以上であり、中空球体の破壊抑制や成形性の観点から、好ましくは $5 0 0 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $2 0 0 \mu\text{m}$ 以下である。

ここで、平均粒径は粒度分布測定装置により測定したものをいう。

【 0 0 2 0 】

また、中空球体の体積中空率は、比重低減の観点から、6 0 % 以上であることが好ましく、中空球体の破壊抑制の観点から、8 0 % 以下であることが好ましい。中空球体の体積中空率は、下記式により求めることができる。

$$\text{体積中空率 (\%)} = 1 0 0 \times (1 - \rho_1 / \rho_2)$$

[式中、 ρ_1 は中空球体の真比重を表し、 ρ_2 は中空球体の材料比重を表す。]

【 0 0 2 1 】

また、本発明で用いられる熱可塑性樹脂に対して、本発明の目的を損なわない範囲で、充填剤を添加することができる。

充填材としては、ガラス繊維、ウォラストナイト、炭素繊維、チタン酸カリウムウイスキー、ホウ酸アルミニウムウイスキー、酸化チタンウイスキー等の繊維状あるいは針状の補強材；炭酸カルシウム、ドロマイト、タルク、マイカ、クレイ、ガラスビーズなどの無機充填材等が挙げられ、その一種または二種以上を用いることができる。

【 0 0 2 2 】

中でも、強度向上等の観点から、ガラス繊維等の無機繊維を配合するのが好ましく、この場合の配合量は、液晶ポリエステル樹脂 1 0 0 重量部に対して、好ましくは 1 重量部～4 0 重量部、より好ましくは 3 重量部～3 0 重量部、さらに好ましくは、5 ～3 0 重量部の範囲である。

【0023】

また、本発明で用いられる熱可塑性樹脂に対して、本発明の目的を損なわない範囲で染料、顔料などの着色剤；酸化防止剤；熱安定剤；紫外線吸収剤；帯電防止剤；界面活性剤などの通常の添加剤を一種または二種以上添加することができる。

【0024】

また、本発明において熱可塑性樹脂に加えて、少量、通常該熱可塑性樹脂100重量部に対して30重量部以下の他の熱可塑性樹脂、例えば、ポリアミド、ポリエステル、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルケトン、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテルおよびその変性物、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド等や、少量、通常該熱可塑性樹脂100重量部に対して30重量部以下の熱硬化性樹脂、例えば、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂等の、一種または二種以上を添加することもできる。

【0025】

本発明の製造方法は、スクリユウを備えた溶融混練押出機であって、押し出し方向上流部に、上流側供給部を有し、該上流側供給部より下流側に下流側供給部を有し、該上流側供給部と下流側供給部との間の距離（L）のスクリユウ径（D）に対する比率（ L/D ）が4～30（LとDは同一のスケール単位である）である溶融混練押出機を用い、スクリユウ回転下、上流側供給部から比重1.10以上の熱可塑性樹脂を供給し、下流側供給部から該熱可塑性樹脂100重量部に対して2～50重量部の中空球体を供給することを特徴とする。

【0026】

ここで、上流側供給部と下流側供給部との間の距離（L）のスクリユウ径（D）に対する比率（ L/D ）は、4～30（LとDは同一のスケール単位である）好ましくは10～20の範囲である。

L/D が4より小さいと、中空球体の破壊が多くなり、30より大きいと熱可塑性樹脂の劣化が進み易い。

ここに、上流側供給部と下流側供給部との間の距離（L）は、各供給部の穴の中心間を測定した、スクリユウの軸に対して平行な距離である。

【 0 0 2 7 】

本発明において、上流側供給部は、通常シリンダの反押し出し方向側の端部側面に設置されるが、これに限定されない。

なお、充填剤や添加剤などは、押出機の適当な位置に設けられた充填剤または添加剤の供給部から押出機内に投入してもよいし、上流側供給部および/または下流側供給部から供給してもよく、簡便性の観点からは、上流側供給部および/または下流側供給部から供給することが好ましく、中空球体の破壊抑制の観点から、上流側供給部から供給することがより好ましい。

上流側供給部および/または下流側供給部から供給する場合には、熱可塑性樹脂および/または中空球体に充填剤や添加剤などをあらかじめ混合しておき、これらと共に上流側供給部および/または下流側供給部から押出機内に供給することがさらに好ましい。

【 0 0 2 8 】

溶融混練式押出機としては、単軸押出機、二軸押出機が挙げられる。二軸押出機には同方向回転タイプ、異方向タイプ、不完全かみ合いタイプなどが挙げられ、好ましくは同方向回転二軸混練押出機が用いられる。同方向タイプには一条ネジタイプ、二条ネジタイプ、三条ネジタイプなどが挙げられ、異方向タイプには平行軸タイプ、斜軸タイプが挙げられる。

【 0 0 2 9 】

本発明に用いる溶融混練押出機においては、下流側供給部より下流のスクリュウが、実質的に押し出し方向に対して正方向のネジスクリュウのみからなり、ニーディング部を持たないものが好ましい。これにより、中空球体の練りが弱くなり、破壊を抑制することができる。

ここに、押し出し方向に対して正方向のネジスクリュウとは、スクリュウを回転させたときに、熱可塑性樹脂等を押出し方向に輸送するネジスクリュウのことをいい、例えばフルフライトスクリュウが挙げられる。

また、ニーディング（混練）部とは、スクリュウの一部に設けて混練を効率的に行うための部分をいう。ニーディング部としては、単軸押出機の場合、ダルメージスクリュウ、ユニメルトスクリュウ、ピンスクリュウ、バリアスクリュウな

どが挙げられる。一方、二軸押出機の場合、ニーディングディスク（右ニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク、左ニーディングディスク）、ミキシングスクリュウなどが挙げられる。

【 0 0 3 0 】

以下、本発明の製造方法の一実施形態について図面を参照して説明する。

図 1 は本発明に用いる溶融混練式押出機（二軸）の実施形態を示す構成図である。

【 0 0 3 1 】

本押出機は、円筒状のシリンダ 4 と、このシリンダ 4 内に設置され、（駆動）モータ 8 の回転を変速機 1 2 により回転数を減速して、スクリュウ 9 を回転している。シリンダ 4 は、（外部）ヒータ 1 0 により加熱されている。

スクリュウ 9 は一部に、熱可塑性樹脂の混練や中空球体と熱可塑性樹脂の混練のためにニーディング部 1 1 を有している。

なお、本実施形態においては、スクリュウ 9 は、下流側供給部より下流には、ニーディング部を有しない。

【 0 0 3 2 】

シリンダ 4 の反押し出し方向側の端部側面には、熱可塑性樹脂を供給するための上流側供給部 7 が形成され、この上流側供給部 7 よりも下流側には、中空球体を供給するための下流側供給部 5 が形成されている。上流側供給部 7 および下流側供給部 5 には、熱可塑性樹脂、中空球体等を定量的に供給するための例えば図示しない定量フィーダーが設置されている。

【 0 0 3 3 】

また、シリンダ 4 には、真空ポンプを使用して真空脱気を行うためや大気中に解放のためのベント 3、6 が形成されている。シリンダ 4 には、溶融混練した熱可塑性樹脂組成物を押し出すためのノズル 1 が形成されている。押出機の大きさにもよるが一般的には直径 2 mm ～ 5 mm の穴を数個有している。

【 0 0 3 4 】

本発明の製造方法においては、上述の通り、上流側供給部から熱可塑性樹脂を供給し、下流側供給部から中空球体を供給することを基本とするが、必要に応じ

て、中空球体の一部を上流側供給部から供給することや、熱可塑性樹脂の一部を下流側供給部から供給することも可能である。

上流側供給部からの液晶ポリエステル樹脂の供給量は液晶ポリエステル樹脂の全供給量の90%未満であると、安定的な製造が困難である場合があり、中空球体の供給量が、中空球体の全供給量の10%を超えると、中空球体の破壊率が大きくなる場合がある。

また、中空球体以外に充填材等を添加する場合、中空球体の破壊抑制の観点から、該充填材は上流側供給部から供給するのが好ましい。

【0035】

本発明の製造方法で製造される熱可塑性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂本来の機械的、熱的（耐熱性）特徴に加えて、中空球体の破壊率が小さく、低比重であり、熱伝導性が低い。該熱可塑性樹脂組成物は、射出成形等の成形方法により種々の成形品にすることができる。射出成形する場合、中空球体の破壊を抑制するために、成形機の射出圧力や保持圧力は、成形品に影響を与えない範囲で極力低く抑えることが望ましい。

【0036】

本発明の樹脂組成物から成形される部品、部材の用途としては特に限定はないが、例示すると以下のようなものがある。コネクター、ソケット、リレー部品、コイルボビン、光ピックアップ、発振子、プリント配線板、コンピュータ関連部品、等の電気・電子部品；ICトレイ、ウエハーキャリアー、等の半導体製造プロセス関連部品；VTR、テレビ、アイロン、エアコン、ステレオ、掃除機、冷蔵庫、炊飯器、照明器具、等の家庭電気製品部品；ランプリフレクター、ランプホルダー等照明器具部品；コンパクトディスク、レーザーディスク、スピーカー、等の音響製品部品；光ケーブル用フェルール、電話機部品、ファクシミリ部品、モデム等の通信機器部品；分離爪、ヒータホルダー、等の複写機関連部品；インペラー、ファン歯車、ギヤ、軸受け、モーター部品及びケース、等の機械部品；自動車用機構部品、エンジン部品、エンジンルーム内部品、電装部品、内装部品等の自動車部品、マイクロ波調理用鍋、耐熱食器、等の調理用器具；床材、壁材などの断熱、防音用材料、梁、柱などの支持材料、屋根材等がの建築資材、

または土木建築用材料；航空機、宇宙機、宇宙機器用部品；原子炉等の放射線施設部材、海洋施設部材、洗浄用治具、光学機器部品、バルブ類、パイプ類、ノズル類、フィルター類、膜、医療用機器部品及び医療用材料、センサー類部品、サニタリー備品、スポーツ用品、レジャー用品などがある

【0037】

【実施例】

以下、本発明の実施例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

なお、実施例中の物性は次の方法で測定した。

(1) 流動開始温度：島津製作所製の高化式フローテスターCFT-500型を用いて4℃/分の昇温速度で加熱された樹脂を荷重9.81MPaのもとで、内径1mm、長さ10mmのノズルから押出したときに、熔融粘度が4800Pa・sを示す温度を測定し、この温度を流動開始温度とした。

(2) 比重：ASTM4号ダンベル（厚さ2.5mm）を用いて、ASTM D792に準拠して測定した（23℃）。なお、ASTM4号ダンベルの代わりに64×64×15mm厚みの試験片や長さ127mm、幅12.7mm、厚さ6.4mmの試験片を用いても、同等の結果となった。

(3) 破壊率：以下の計算により求めた。

$$\text{破壊率} X (\%) = 100 \times [(100 / \rho_0 + \alpha / \rho_1 + \beta / \rho_3) - (100 + \alpha + \beta) / \rho] / (\alpha / \rho_1 - \alpha / \rho_2)$$

[式中、 α はガラスバルーンの配合量（液晶ポリエステル樹脂100重量部に対する重量部）を、 β はガラス繊維の配合量（液晶ポリエステル樹脂100重量部に対する重量部）を、 ρ_0 は液晶ポリエステル樹脂の比重を、 ρ_1 はガラスバルーンの真比重を、 ρ_2 はガラスバルーン材料比重を、 ρ_3 はガラス繊維の比重を、 ρ は液晶ポリエステル樹脂組成物を射出成形して得られるASTM4号ダンベル（厚さ2.5mm）の比重を表す。]

(4) 熱伝導率：64×64×15mm厚みの試験片を用いて、JIS R2618に準拠して測定した。

(5) 曲げ強度：長さ127mm、幅12.7mm、厚さ6.4mmの試験片を用いて、ASTM D790に準拠して測定した。

【0038】

実施例1～2、比較例1

以下に示す液晶ポリエステル樹脂、ガラスバルーン、ガラス繊維の各成分を表1に示す組成で、二軸押出機〔IKG社製、PMT47〕を用いて、シリンダー温度400℃で造粒し、液晶ポリエステル樹脂組成物のペレットを得た。二軸押出機においては、供給位置を上流部と下流部の二ヶ所に設けた。各成分の供給位置、上流部と下流部との距離(R)とスクリュウの径(D)の比(L/D)を表1に示す。

下流側供給部より下流には、ネジスクリュウを用いた。また、上流側供給部から下流側供給部までは、ニーディングディスク(右ニーディングディスク、ニュートラルニーディングディスク、左ニーディングディスク)とネジスクリュウを組み合わせて用いた。

【0039】

・液晶ポリエステル樹脂：前記構造単位(A₁)、(B₁)、(B₂)、(C₁)からなり、(A₁)：(B₁)：(B₂)：(C₁)のモル比が50：23.75：1.25：25であり、前記流動開始温度が380℃の液晶ポリエステル樹脂〔比重1.38〕。

・ガラスバルーン：平均粒径30μm、体積中空率76%のガラスバルーン〔住友3M(株)製、商品名：スコッチライトS60。真比重0.60、材料比重2.50〕。

・ガラス繊維：チョップドのガラス繊維〔旭ファイバーグラス製、商品名：CS03JAPX-1、比重2.54〕。

【0040】

得られたペレットは、日精樹脂工業(株)製PS40E5ASE型射出成形機を用いて、シリンダー温度400℃、金型温度130℃で射出成形を行い、上記試験片を得て、上記測定を行った。結果を表1に示す。

【0041】

【表1】

		実施例1	実施例2	比較例1
組成 (部)	液晶ホリステル樹脂	100	100	100
	ガラスハルーン	18.8	18.8	18.8
	ガラス繊維	6.3	6.3	6.3
供給位置	液晶ホリステル樹脂	上流部	上流部	上流部
	ガラスハルーン	下流部	下流部	上流部
	ガラス繊維	上流部	下流部	上流部
L/D	L/D	14	14	-
評価	比重	1.21	1.24	1.35
	破壊率 (%)	12.1	22.6	57.2
	熱伝導率 (W/mK)	0.39	0.41	0.45
	曲げ強度 (kg/cm ²)	910	1050	1170

【0042】

【発明の効果】

本発明の方法によれば、溶融加工押出し方法により、中空球体を含む低比重の熱可塑性樹脂組成物を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

溶融混練式押出機の横断面図である。

【符号の説明】

- 1：ノズル
- 2：ヒータ
- 3：ベント
- 4：シリンダ
- 5：下流側供給部

6 : ベント

7 : 上流側供給部

8 : モータ

9 : スクリュウ (スクリュウ径 D)

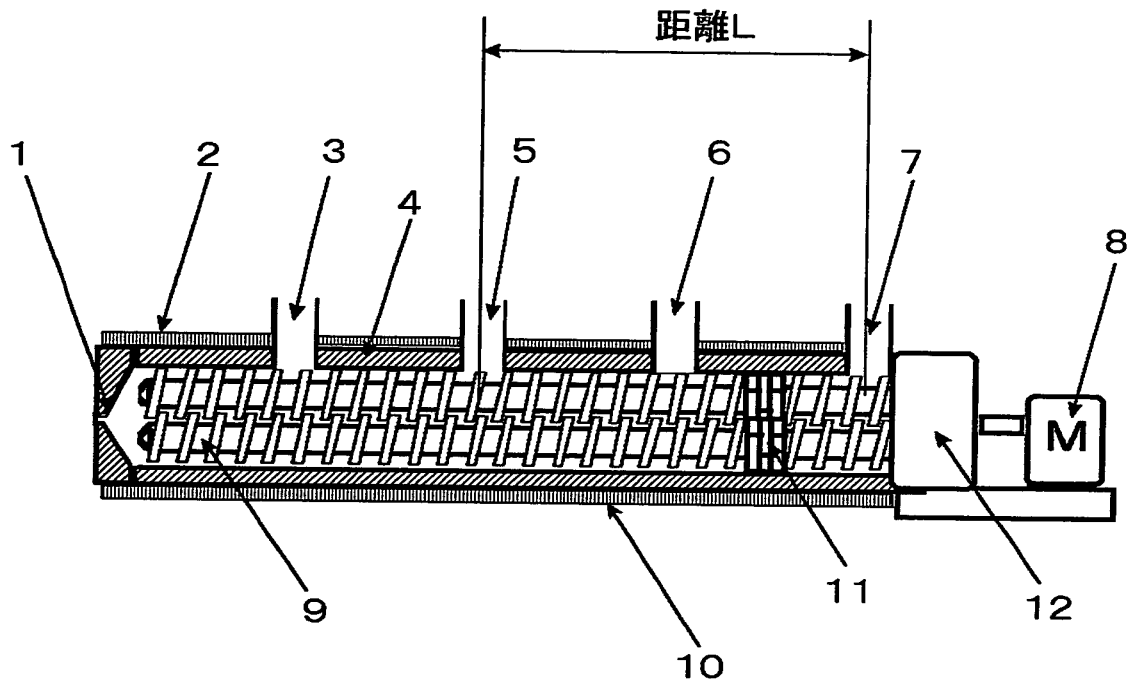
1 0 : ヒータ

1 1 : ニーディング部

1 2 : 変速機

【書類名】 図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 溶融加工押出し方法により、中空球体を含む低比重の熱可塑性樹脂組成物を製造する方法を提供する。

【解決手段】 スクリュウを備えた溶融混練押出機であって、押し出し方向上流部に、上流側供給部を有し、該上流側供給部より下流側に下流側供給部を有し、該上流側供給部と下流側供給部との間の距離（L）のスクリュウ径（D）に対する比率（ L/D ）が4～30（LとDは同一のスケール単位である）である溶融混練押出機を用い、スクリュウ回転下、上流側供給部から比重1.10以上の熱可塑性樹脂を供給し、下流側供給部から該熱可塑性樹脂100重量部に対して2～50重量部の中空球体を供給する熱可塑性樹脂組成物の製造方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002093]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

氏 名 住友化学工業株式会社